

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 33 14 395 A 1**

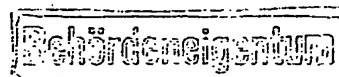
⑤1 Int. Cl. 3:
B 01 J 19/00
B 01 J 14/00
B 01 D 3/28

⑳ Aktenzeichen: P 33 14 395.1
㉑ Anmeldetag: 21. 4. 83
㉒ Offenlegungstag: 25. 10. 84

DE 33 14 395 A 1

㉑ Anmelder:
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

㉒ Erfinder:
Kaibel, Gerd, 6840 Lampertheim, DE



⑤4 Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne

Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne, die in Teilbereichen durch in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen, die eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhindern, in einen Reaktionsteil und einen Destillationsteil unterteilt ist, wobei dem Reaktionsteil ein oder mehrere Reaktanden und gegebenenfalls ein Katalysator zugeführt werden und aus dem Destillationsteil gleichzeitig eine oder mehrere Mittelsiederfraktionen, die aus Reaktanden und/oder Reaktionsprodukten bestehen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfförmig oder flüssig abgezogen werden.

DE 33 14 395 A 1

21.04.83

3314395

BASF Aktiengesellschaft

O.Z. 0050/36479

Patentanspruch

Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und
gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktge-
mischtes in mehrere Fraktionen mittels einer Destillations-
5 kolonne, die in Teilbereichen durch in Längsrichtung wirk-
same Trenneinrichtungen, die eine Quervermischung von
Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise
verhindern, in einen Reaktionsteil und einen Destillations-
10 teil unterteilt ist, dadurch gekennzeichnet, daß dem Reak-
tionsteil ein oder mehrere Reaktanden und gegebenenfalls
ein Katalysator zugeführt werden und aus dem Destillations-
teil gleichzeitig eine oder mehrere Mittelsiederfraktio-
nen, die aus Reaktanden und/oder Reaktionsprodukten beste-
15 hen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und
Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfför-
mig oder flüssig abgezogen werden.

20

25

30

35

410/82 Go/HB 20.04.83

Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne

5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne, die in Teilbereichen durch in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen, die
10 eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhindern, in einen Reaktions-
teil und einen Destillationsteil unterteilt ist.

15 Die Durchführung von chemischen Reaktionen in Destillationskolonnen, wobei chemische Reaktionen und destillative Stofftrennung sich überlagern und im gleichen Raum nebeneinander ablaufen, ist eine seit langem praktizierte Verfahrensführung. Häufig bietet diese Verfahrensführung Vorteile hinsichtlich Energiebedarf und Investitionskosten im
20 Vergleich zu Verfahrensführungen, bei denen die Reaktion und die destillative Stofftrennung in getrennten Verfahrensschritten, nämlich Reaktion in einem Reaktor und anschließende destillative Stofftrennung in einer Destillationskolonne, stattfinden. Beispiele für chemische Reaktionen, die vorteilhaft in Destillationskolonnen durchgeführt werden, sind Veresterungen, Umesterungen und Verseifungen sowie Acetalisierungen und Acetalspaltungsreaktionen. Besonders geeignet sind Destillationskolonnen für
25 Gleichgewichtsreaktionen, bei denen alle Reaktanden ähnliche Siedepunkte aufweisen, die Reaktionsprodukte dagegen wesentlich höher und/oder niedriger siedend. Jedoch auch bei Reaktionen, bei denen dieses optimale Siedeverhalten nicht gegeben ist, können Destillationskolonnen sinnvoll eingesetzt werden, da sie die Verwirklichung des günstigen
30 Gegenstroms der Reaktanden ermöglichen. Dadurch ergeben

sich höhere Umsätze als für die direkte Vermischung ohne Gegenstrom.

So kann beispielsweise bei einer Reaktion $A+B$ (Reaktanden)
 $\rightleftharpoons C+D$ (Reaktionsprodukte), der Siedefolge A, C, B, D
 - nach ansteigenden Siedetemperaturen geordnet - und einem
 nicht im stöchiometrischen Verhältnis sondern im Überschuß
 zugefahrenen Reaktand A, aus der Destillationskolonne als
 Kopfprodukt das Gemisch aus A und C und als Sumpfprodukt D
 abgezogen werden. Zur destillativen Zerlegung des Kopfpro-
 duktes A und C ist eine weitere, nachgeschaltete Destilla-
 tionskolonne notwendig. Entsprechendes gilt, wenn ein Reak-
 tand die schwerstsiedende Komponente ist. Auch hierbei ist
 bei gleicher Siedefolge wie oben eine zusätzliche Destilla-
 tionskolonne erforderlich, um den nicht umgesetzten Reak-
 tanden B sowie das Reaktionsprodukt D in reiner Form zu
 gewinnen. Destillationskolonnen werden selbst in solchen
 Fällen eingesetzt, wo die Reaktionsprodukte weder Leicht-
 testsieder noch Schwerstsieder sind. Bei einer Reaktion
 $A+B \rightleftharpoons C+D$, der Siedefolge A, C, D, B bedeutet dies, daß
 hier zwei zusätzliche Destillationskolonnen zur Reinigung
 der Reaktionsprodukte C und D gebraucht werden. Trotzdem
 ergeben sich auch hier oft Vorteile gegenüber der Reaktion
 in einem separaten Reaktor, da die Destillationskolonne
 die Ausnutzung des Gegenstromprinzips ermöglicht und unter
 günstigeren Konzentrationsverhältnissen arbeitet.

Dieses wichtige Prinzip der Ausnutzung des Gegenstroms
 wird jedoch in diesen Fällen durch die Überlagerung von
 Reaktion und destillativer Trennaufgabe teilweise nachteil-
 lig beeinflusst; so führt beispielsweise im zuletztgenann-
 ten Fall eine Steigerung der Heizleistung nicht in jedem
 Fall zu einer Verbesserung des Umsatzes, denn infolge des
 höheren Rücklaufverhältnisses erfolgt eine stärkere Verdün-
 nung der Reaktanden und des Katalysators in der Reaktionszone.

5 Diese in der Fachliteratur bislang nicht beachteten Effekte
führen beispielsweise in dem Fall der Reaktion $A+B \rightleftharpoons C+D$,
der Siedefolge A, C, B, D und einem im Überschuß gefahre-
nen Reaktand A, dazu, daß ein bestimmtes Ergebnis der De-
stillationskolonne hinsichtlich Umsatz und Entnahmekonzen-
tration nicht nur bei einer fest vorgegebenen Heizleistung
sondern auch bei einer wesentlich höheren Heizleistung
erhalten wird. Es sind zwei verschiedene Betriebszustände
möglich. Der Grund für dieses höchst überraschende Verhal-
ten liegt, wie Simulationsrechnungen ergaben, darin, daß
10 sich im einen Fall mit der niedrigeren Heizleistung der
Gegenstrom noch gut auswirken kann, während er im anderen
Fall durch zu hohe Rückvermischung abgeschwächt wird. Es
ist ein mehrfach höherer Energieaufwand erforderlich, um
15 diesen Fehler durch destillatives Anreichern eines Reaktan-
den wieder zu kompensieren. Hier gehen die Vorteile der
Destillationskolonne weitgehend verloren. Aus dem Geschil-
derten ist zu entnehmen, daß die uneingeschränkte Überlage-
rung von Reaktion und Destillation nicht in jedem Fall
20 sinnvoll ist.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, durch eine ein-
fache Maßnahme, die variabel den verschiedensten Fällen
von Destillationskolonnen angepaßt werden kann, zu errei-
chen, daß die für die Stofftrennung benötigte Destilla-
tionsenergie den Gegenstrom der Reaktanden nicht unnötiger-
weise über das günstige Maß hinaus beeinflusst. Zusätzlich
soll der Nachteil vermieden werden, der dadurch entsteht,
daß bei ungünstigem Siedeverhalten von Reaktanden und Reak-
tionsprodukten zusätzliche Trennkolonnen zur Reinigung der
30 Produktströme erforderlich werden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß in überraschend ein-
facher Weise dadurch gelöst, daß dem Reaktionsteil ein
35 oder mehrere Reaktanden und gegebenenfalls ein Katalysator

5 zugeführt werden und aus dem Destillationsteil gleichzeitig eine oder mehrere Mittelsiederfraktionen, die aus Reaktanden und/oder Reaktionsprodukten bestehen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfförmig oder flüssig abgezogen werden.

10 Wie in der Patentanmeldung 33 02 525.8 für den Fall einer einfachen Destillation beschrieben, enthält die Destillationskolonne in Teilbereichen in Längsrichtung wirksame Trennvorrichtungen zur Verhinderung einer Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen.

15 Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben.

Es zeigen:

20 Figur 1 ein schematisches Verfahrensfließbild einer Destillationskolonne mit der Reaktion $A+B \rightleftharpoons C+D$, Siedefolge A, C, B, D und einem nicht im stöchiometrischen Verhältnis sondern im Überschuß zugefahrenen Reaktanden A zur destillativen Trennung der Produktströme A, C und D,

25 Figur 2 ein schematisches Verfahrensfließbild einer Destillationskolonne mit der Reaktion $A+B \rightleftharpoons C+D$, Siedefolge A, C, D, B zur destillativen Trennung der Produktströme A, B, C und D.

30 Gemäß Figur 1 wird eine Kolonne 1 durch eine in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtung 2 unterhalb und oberhalb der Zulaufstellen für die Reaktanden A und B in einen Reaktionsteil 3 und einen Destillationsteil 4 unterteilt. Entsprechend der Siedefolge wird der leichtestsiedende Reaktand A am Kopf und das schwerstsiedende Reaktionsprodukt D am Sumpf der Kolonne entnommen. Da im Destillations-

35

teil 4 die Reaktion unterdrückt ist, ist es möglich, dort das mittelsiedende Reaktionsprodukt C in reiner oder weitgehend reiner Form abzuziehen.

- 5 Wie Figur 2 zeigt, ist es bei der gleichen Anordnung auch möglich, bei dem besonders ungünstigen Fall, wenn beide Reaktionsprodukte weder die leichtestsiedende noch die schwerstsiedende Fraktion sind und nach herkömmlicher Verfahrensweise zwei zusätzliche Destillationskolonnen benötigt werden, mit einer Destillationskolonne die gestellte
10 Aufgabe - nämlich die Reaktionsprodukte C und D in reiner Form zu gewinnen - zu lösen; wobei durch eine entsprechende Aufteilung der Flüssigkeits- und Dampfströme auf Reaktions- und Destillationsteil der Gegenstrom optimal zur
15 Wirkung kommt und der Gesamtaufwand verringert werden kann.

- Durch diese Längsunterteilung wird die Möglichkeit geschaffen, einen separaten Kolonnenteil zu erhalten, in dem man
20 die Reaktion unter den für sie optimalen Bedingungen hinsichtlich Heizleistung, Rückvermischung und Katalysatorkonzentration ablaufen lassen kann. Der meist nichtflüchtige oder schwerflüchtige Katalysator (z.B. Mineralsäure für Veresterungen, Verseifungen, Acetalbildungen und -spaltungen oder Umacetalisierungen oder Alkoholate für Umesterungen) oder auch leichtflüchtige Katalysator (beispielsweise Chlorwasserstoff, Ameisensäure) läßt sich entsprechend seinem Siedeverhalten durch die Wahl seiner Zugabestelle gezielt in diesen Destillationskolonnenteil - Reak-
25 tionsteil - einbringen. Wegen der geringeren Verdünnung des Katalysators in dem Reaktionsteil ergeben sich im allgemeinen Einsparungen hinsichtlich der benötigten Katalysatormengen oder es werden einfachere Kolonneneinbauten möglich, die weniger Verweilzeit für die Flüssigkeit einstellen,
30 len, z.B. Füllkörperkolonnen anstelle von teureren Glocken-
35

oder Ventilbodenkolonnen. Dies bietet auch Vorteile, wenn die Verweilzeit wegen der Temperaturempfindlichkeit der Produkte möglichst klein sein soll. In dem dem Reaktions-
 5 teil gegenüberliegenden Destillationsteil kann die chemische Reaktion verhindert werden, indem der Katalysator aus diesem Bereich ferngehalten wird, was sich entweder infolge seiner Nichtflüchtigkeit oder Leichtflüchtigkeit von selbst ergibt oder aber durch besondere Maßnahmen wie
 10 beispielsweise gezielte Zerstörung einer katalysierenden Säure durch Zudosierung einer Lauge im Destillationsteil erzielbar ist und so nur destillative Stofftrennungen ablaufen. Empfindliche Stoffe, die durch den Katalysator leicht geschädigt werden, können aus diesem Teil schonend abgetrennt werden. Die Reaktionszone kann gegebenenfalls
 15 bereits im Reaktionsteil gezielt eingegrenzt werden, indem man beispielsweise die Reaktionszone nur auf den Bereich zwischen den Zulaufstellen der Reaktanden beschränkt.

Zur technischen Ausgestaltung der in Längsrichtung wirksamen Trenneinrichtungen kommen, wie in der Patentanmeldung 33 02 525.8 geschildert, mehrere Möglichkeiten in Betracht. Die einfachste Möglichkeit stellen ebene durchgehende Trennbleche dar. Gegebenenfalls können jedoch
 20 2 konzentrische oder nebeneinander angeordnete Destillationskolonnen benutzt werden.

Die chemische Reaktion kann auch in einer Destillationskolonne stattfinden, bei der zur Erhöhung der Verweilzeit separate Verweilzeitbehälter außerhalb der Destillationskolonne angeordnet werden, in denen die Reaktion gegebenenfalls durch Ionentauscher katalysiert wird.
 30

Einen besonders wertvollen Vorteil bietet die Längsunterteilung der Destillationskolonne gemäß der vorliegenden Erfindung hinsichtlich der Reinheit der entnommenen Produkte.
 35 Zeichn.

8

- Leerseite -

-g-

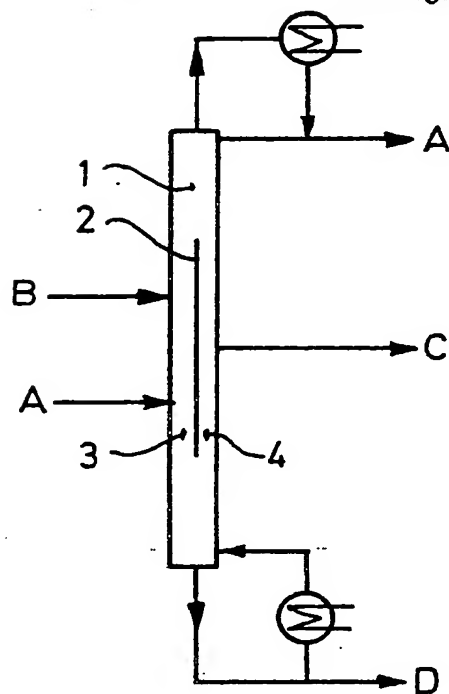


FIG.1

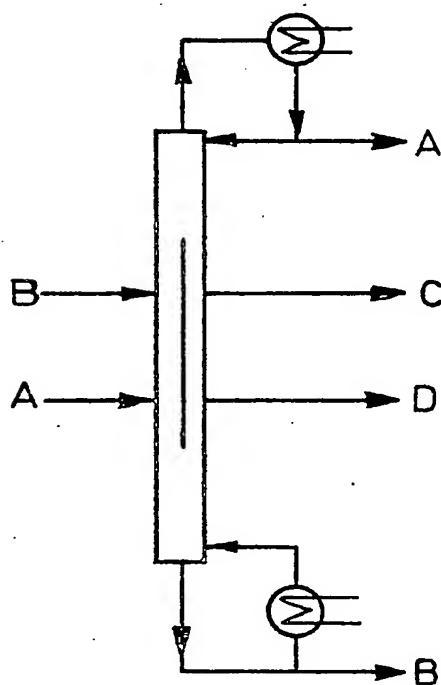


FIG.2